

JP 2002-128582 Translation

Obtained from:

<http://www4.ipdl.inpit.go.jp/Tokujitu/PAJdetail.ipdl?N0000=60&N0120=01&N2001=2&N3001=2002-128582>

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to jigs for electronic-parts calcination used when calcinating electronic parts, such as a dielectric, a multilayer capacitor, a ceramic condenser, a piezoelectric element, and a thermo sensitive register, such as a setter, a shelf board, and a sagger.

[0002]

[Description of the Prior Art] A weight saving is following the jig for electronic-parts calcination for workability and the cut in a fuel cost. When calcinating electronic parts especially with a continuous furnace, the calorific capacity of a jig is small and an easy setter and sheet shaped substrate are thermally desired for temperature up and a temperature fall. In this case, the thickness of a substrate is 3-4 mm or less.

[0003] It is required that the jig for electronic-parts calcination should not react to the ceramic electronic component to calcinate besides heat resistance or a mechanical strength. When electronic-parts works, such as a dielectric, contact the jig for calcination and react, technical problems, like weld or characteristics degradation arises by the composition change of a work occur.

[0004] Usually, as a substrate of these jigs for electronic-parts calcination, warm strength is high and the good alumina mullite system substrate of heat spalling nature is used widely. In order that a reaction with an electronic-parts work may occur easily and this alumina mullite system substrate may prevent this reaction, the method of covering zirconia is adopted as the base material surface.

[0005] Although the reactivity of zirconia with a substrate is low, since the difference of a coefficient of thermal expansion with the above-mentioned substrate is large, curvature occurs in a substrate, and the problem of a crack arising or exfoliating is shown in a zirconia surface layer under the operating environment which a repetition thermal excursion produces.

[0006] As for zirconia, the phase transition from a monoclinic system to \*\*\*\*\* happens at about 1200 \*\*. As a result, there is a problem that the surface layer of zirconia tends to

\*\*\*\*, by change of the coefficient of thermal expansion accompanying the phase transition by a repetition thermal excursion. In using non-stabilized zirconia as a surface layer, there is also a problem that powdering accompanying a phase transition arises.

[0007]In order to solve such a problem, providing various interlayers between a substrate and a zirconia surface layer is proposed (JP,3-137078,A, patent No. 2859911, etc.).

[0008]For example, the interlayer who consists of alumina is provided in JP,3-137078,A. However, in this jig for electronic-parts calcination, the degree of sintering of alumina does not have adhesion bad and sufficient as an interlayer of a zirconia surface layer and a substrate, and it cannot prevent on the level with which it can be satisfied of the curvature of the further above-mentioned substrate.

[0009]Therefore, by easing the thermal expansion difference of a substrate and a zirconia surface layer, the purpose of this invention prevents surface crack initiation, and controls with rag, and there is in providing the jig for electronic-parts calcination which reduced the curvature of the substrate remarkably.

[0010]

[Means for Solving the Problem]This invention persons did the knowledge of the ability of the above-mentioned purpose to attain by using an interlayer who consists of coarse-grain aggregate which has a normal distribution of fixed particle diameter, and a particle bond phase below fixed particle diameter between a substrate and a zirconia surface layer as a result of examination.

[0011]A jig for electronic-parts calcination which this invention is the structure where an interlayer was formed between a zirconia surface layer and a substrate by what was made based on the above-mentioned knowledge, and is characterized by the above-mentioned interlayer consisting of following (1) or coarse-grain aggregate of (2), and a particle bond phase with a mean particle diameter of 10 micrometers or less.

(1) Coarse-grain aggregate with particle size distribution larger than a particle size standard in a particle size (particle size defined by JIS R 6001) which is a particle with a mean particle diameter of 20-200 micrometers produced by grinding coarse grain coarser than 100 meshes of particle sizes, and is equivalent to this mean particle diameter.

(2) Coarse-grain aggregate with a mean particle diameter of 20-200 micrometers produced by mixing particles of two or more kinds of particle sizes coarser than 700 meshes defined by JIS R 6001.

[0012]

[Embodiment of the Invention]Hereafter, the embodiment of the jig for electronic-parts calcination of this invention is described.

[0013]Drawing 1 is an outline sectional view of the jig for electronic-parts calcination of this invention, and drawing 2 is an interlayer's type section figure. in drawing 1 - 2 -- 1 -- the jig for electronic-parts calcination, and 2 -- a zirconia enveloping layer and 31 show coarse-grain aggregate, 32 shows a particle bond phase, and, as for an interlayer and 4, a

substrate and 3 show an opening 33, respectively.

[0014]In the jig 1 for electronic-parts calcination of drawing 1, the substrate 2, It may be the same as that of what is used conventionally, for example, alumina system material, alumina mullite system material, alumina-magnesia system spinel material, alumina mullite cordierite system material, or the material by these combination is used.

[0015]Although non-stabilized zirconia, partially stabilized zirconia, stabilized zirconia, etc. can be used for zirconia 4 surface layer, In order to carry out direct contact of the zirconia surface layer to electronic parts, it is desirable to use the zirconia which must not have an adverse effect on electronic parts, was portion-stabilized, therefore was stabilized with yttria, calcia, magnesia, etc., or those mixtures. Although zirconia is a monoclinic system at a room temperature and the phase transition of monoclinic system ->(about 1200 \*\*) -> pyramidal quadratic system ->(2370 \*\*) -> cubic system happens with a rise in heat, \*\*\*\*\* and the cubic which are a twist and a parent phase can be stabilized under a room temperature to make liquation binding material (stabilizing agent), such as yttria and magnesia, dissolve to zirconia.

[0016]In this invention, the interlayer 3 provided between the above-mentioned substrate 2 and the zirconia surface layer 4 consists of the coarse-grain aggregate 31 and the particle bond phase 32, as shown in drawing 2, and the opening 33 exists. Although this interlayer's thickness in particular is not limited, it is 50-200 micrometers preferably.

[0017]The coarse-grain aggregate 31 in this interlayer is shown by following (1) or (2).

(1) Coarse-grain aggregate with particle size distribution larger than the particle size standard in the particle size (particle size defined by JIS R 6001) which is a particle with a mean particle diameter of 20-200 micrometers produced by grinding coarse grain coarser than 100 meshes of particle sizes, and is equivalent to this mean particle diameter.

(2) Coarse-grain aggregate with a mean particle diameter of 20-200 micrometers produced by mixing the particles of two or more kinds of particle sizes coarser than 700 meshes defined by JIS R 6001.

[0018]In coarse-grain aggregate of the above (1), it has particle size distribution like 48 meshes of particle size grinding article of drawing 3 as having particle size distribution larger than the particle size standard in the particle size (particle size defined by JIS R 6001) equivalent to mean particle diameter. Namely, drawing 3 is what shows the particle size distribution of the commercial item (JIS R 6001 is followed) of 320 meshes of particle sizes, and the particle size distribution of the crushed grain child whose mean particle diameter which ground the commercial item of 48 meshes of particle sizes with the ball mill is 54 micrometers, The mean particle diameter of 54 micrometers is mostly equivalent to the mean particle diameter of 320 meshes of particle sizes. 48 meshes of particle size grinding article has particle size distribution larger than the particle size standard of JIS R 6001 so that drawing 3 may show.

[0019]In coarse-grain aggregate of the above (2), the particles which mixed the particles of 100 meshes of particle sizes, 220 meshes, and 360 meshes to 20 % of the weight, 60 %

of the weight, and 20% of the weight, respectively can be used, for example.

[0020]The large coarse-grain aggregate 31 of particle size distribution as shown in the above (1) or (2) is used in order to elaborate the interlayer 3 moderately, to give bond strength with the particle bond phase 32 and to protect with \*\*\*\*.

[0021]The particle bond phase 32 needs to be the mean particle diameter of 10 micrometers or less, when mean particle diameter exceeds 10 micrometers, a degree of sintering is bad, and a role of a bond phase for combining between coarse grain cannot be played.

[0022]The content ratios of the coarse-grain aggregate 31 in an interlayer and the particle bond phase 32 are 50 to 90 % of the weight of coarse-grain aggregate, and 50 to 10 % of the weight of particle bond phases preferably. Less than 50 % of the weight of coarse-grain aggregate or 50 % of the weight of more than particle bond phases of relaxation of thermal expansion are insufficient, and curvature occurs in a substrate, and it becomes easy to generate a crack in a zirconia surface layer. Rag and intensity fall [ a zirconia surface layer ] in 90 % of the weight of more than coarse-grain aggregate, or less than 10 % of the weight of particle bond phases.

[0023]The coarse-grain aggregate 31 has preferred quality of alumina. As for the particle bond phase 32, it is preferred to consist of alumina, an alumina magnesia spinel multiple oxide, zirconia, alkaline earth oxides, or these mixtures.

[0024]Thus, by combining coarse-grain aggregate of specific particle diameter, 31, and the particle bond phase 32, the interlayer 3 has the moderate opening (stoma) 33, and the thermal expansion difference of the substrate 2 and the zirconia surface layer 4 is eased. Since it becomes the structure of the coarse-grain aggregate 31 being firmly combined by the particle bond phase 32, and having the opening 33, by forming the above-mentioned interlayer 3 in substrate top 2, such as a setter with thin thickness, and a sheet, surface crack initiation is prevented, and it controls with \*\*\*\*, and the curvature of the substrate 2 can be reduced remarkably.

[0025]Next, the manufacturing method of the jig for electronic-parts calcination of this invention is explained. First, an organic binder and water are added to coarse-grain aggregate and the particle bond phase of fixed particle diameter and specified proportion, it agitates and mixes, and a slurry is obtained.

[0026]To the base material surface which consists of alumina mullite etc., this slurry is covered so that it may become predetermined thickness with publicly known coating methods, such as spray coating and dip coating, and subsequently it dries, and an interlayer is formed.

[0027]Then, on this interlayer, the slurry of zirconia is covered so that it may become predetermined thickness with publicly known coating methods, such as spray coating and dip coating, like the above, and a zirconia surface layer is formed. Subsequently, it

calcination at 1300-1600 \*\*, and the jig for electronic-parts calcination is manufactured.

[0028]

[Example] Hereafter, based on an example, this invention is explained concretely.

[0029][Example 1] As a particle bond phase, it consisted of alumina and the thing with a mean particle diameter of 5 micrometers was used. As coarse-grain aggregate, it consisted of alumina and what has the mean particle diameter of about 54 micrometers produced by grinding the thing of 48 meshes of particle sizes was used.

[0030] This particle bond phase and coarse-grain aggregate were blended at 20 % of the weight : 80% of the weight of a rate, and were uniformly mixed in the ball mixer, and it was considered as water and the slurry which added polyvinyl alcohol which is a binder.

[0031] Silica content carried out the spray coat of the above-mentioned slurry to 10% of the weight of the alumina mullite base material surface, and dried at about 100 \*\* to it. The interlayer's obtained thickness was about 100 micrometers. Subsequently, the spray coat of the zirconia slurry stabilized by yttria ( $Y_2O_3$ ) on this interlayer's surface was carried out, and it dried at about 100 \*\*. The thickness of the obtained zirconia surface layer was about 100 micrometers. This layered product was held at 1500 \*\* for 2 hours, and the jig for electronic-parts calcination was obtained.

[0032][Example 2] As a particle bond phase, it consisted of alumina zirconia and the thing with a mean particle diameter of 5 micrometers was used. As coarse-grain aggregate, it consisted of alumina and the jig for electronic-parts calcination was obtained like Example 1 except having used 20 % of the weight, 60 % of the weight, and the particles mixed 20% of the weight for the particles of 100 meshes of particle sizes, 220 meshes, and 360 meshes.

[0033][Examples 3-5 and the comparative examples 1-3] The jig for electronic-parts calcination was obtained like Examples 1 and 2 except having used coarse-grain aggregate and a particle bond phase at the kind and rate which are shown in Table 1. However, coarse-grain aggregate of Examples 3-4 and the comparative example 2 was used as the grinding article according to Example 1, and coarse-grain aggregate of Example 5 was used as mixed elegance according to Example 2. As for the comparative example 1, coarse-grain aggregate was not used for the comparative example 3 not using the particle bond phase.

[0034] Thus, the following estimated the existence of the curvature of rag and a substrate [ the surface crack initiation of the obtained jig for electronic-parts calcination, and ].

[0035] That is, rapid heating of the jig for electronic-parts calcination was carried out over 3 hours from 500 \*\* to 1350 \*\* with the electric furnace, it repeated quenching over 3 hours from 1350 \*\* to 500 \*\* subsequently 50 times, and the existence of the curvature of rag and a substrate [ surface crack initiation and ] was evaluated. The crack considered as the crack what can be viewed. It judged with rag by the feel, it made poor the case

where omission of the particles of a surface zirconia layer were large, and it was considered with slight rag without a use top problem as smallness. Curvature made curvature what had modification of 1 mm or more to the substrate with a size of about 100x200 mm at 3 mm in thickness. A result is shown in Table 1.

[0036]

[Table 1]

		粗粒骨材 (重量%)	粗粒骨材の 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	微粒 ボンド相 (重量%)	微粒ボンド相の組成		表面 亀裂	ぼろ つき	反り
						重量%			
実 施 例	1	80	54 (粉碎)	20	アルミナ	100	なし	なし	なし
	2	85	50 (混合)	15	アルミナ ジルコニア	60 40	なし	小	なし
	3	70	54 (粉碎)	30	アルミナ スピネル	80 20	なし	なし	なし
	4	60	54 (粉碎)	40	アルミナ 酸化カルシウム	95 5	なし	なし	なし
	5	60	102 (混合)	40	アルミナ	100	なし	小	なし
比 較 例	1	100	185	0			なし	大	なし
	2	20	185 (粉碎)	80	アルミナ	100	あり	小	あり
	3	0	23	100	アルミナ	100	あり	なし	あり

\* ; 粉碎は粉碎品、混合は粒度の異なる粒子を混合した混合品。

[0037]As shown in Table 1, Examples 1-5 produced a surface crack and curvature in the comparative examples 2 and 3 to neither a surface crack nor curvature arising. It was not generated with rag or Examples 1-5 were large with rag in the comparative example 1 to few things.

[0038]

[Effect of the Invention]With the jig for electronic-parts calcination of this invention, the thermal expansion difference of a substrate and a zirconia surface layer is eased, prevent surface crack initiation, and it controls with rag, and the curvature of a substrate can be reduced remarkably.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]Drawing 1 is an outline sectional view of the jig for electronic-parts calcination of this invention.

[Drawing 2] Drawing 2 is a type section figure of the interlayer of drawing 1.

[Drawing 3] Drawing 3 is a graph which shows the particle size distribution of a 320-mesh commercial item and a 48-mesh grinding article.

[Description of Notations]

1: The jig for electronic-parts calcination

2: Substrate

3: Interlayer

4: Zirconia surface layer

31: Coarse-grain aggregate

32: Particle bond phase

33: Opening

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2002-128582  
(P2002-128582A)

(43)公開日 平成14年5月9日(2002.5.9)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
C 0 4 B 41/89		C 0 4 B 41/89	A 4 K 0 5 5
35/64		F 2 7 D 3/12	S
F 2 7 D 3/12		C 0 4 B 35/64	J

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2000-317476(P2000-317476)

(22)出願日 平成12年10月18日(2000.10.18)

(71)出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社  
東京都品川区大崎1丁目11番1号

(72)発明者 星野 和友

埼玉県上尾市原市1333-2 三井金属鉱業  
株式会社総合研究所内

(72)発明者 井筒 靖久

埼玉県上尾市原市1333-2 三井金属鉱業  
株式会社総合研究所内

(74)代理人 100076532

弁理士 羽鳥 修

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 電子部品焼成用治具

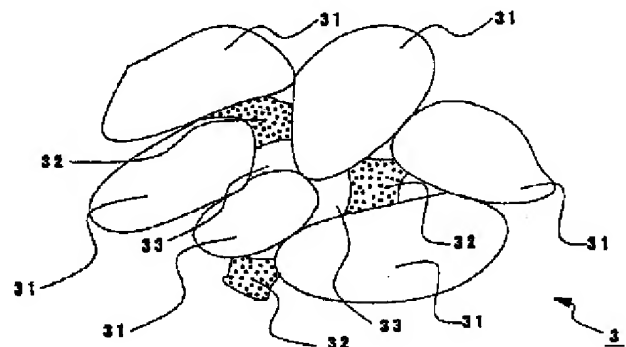
(57)【要約】

【課題】 基材とジルコニア表面層との熱膨張差を緩和することによって表面亀裂の発生を防止し、ぼろつきを抑制すると共に、基材の反りを著しく低減した電子部品焼成用治具を提供する。

【解決手段】 ジルコニア表面層と基材との間に中間層が形成された構造であって、上記中間層が、下記(1)又は(2)の粗粒骨材と平均粒径10 $\mu$ m以下の微粒ボンド相とからなることを特徴とする電子部品焼成用治具。

(1) 粒度100メッシュより粗い粗粒を粉砕して得られた平均粒径20~200 $\mu$ mの粒子で、かつ該平均粒径に相当する粒度(JIS R 6001で定義された粒度)における粒度規格よりも広い粒度分布をもつ粗粒骨材。

(2) JIS R 6001で定義された700メッシュより粗い2種類以上の粒度の粒子を混合して得られた平均粒径20~200 $\mu$ mの粗粒骨材。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジルコニア表面層と基材との間に中間層が形成された構造であって、上記中間層が、下記(1)又は(2)の粗粒骨材と平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の微粒ボンダ相とからなることを特徴とする電子部品焼成用治具。

(1) 粒度100メッシュより粗い粗粒を粉碎して得られた平均粒径 $20\sim 200\mu\text{m}$ の粒子で、かつ該平均粒径に相当する粒度(JIS R 6001で定義された粒度)における粒度規格よりも広い粒度分布をもつ粗粒骨材。

(2) JIS R 6001で定義された700メッシュより粗い2種類以上の粒度の粒子を混合して得られた平均粒径 $20\sim 200\mu\text{m}$ の粗粒骨材。

【請求項2】 上記中間層が、粗粒骨材50～90重量%と微粒ボンダ相50～10重量%とからなる請求項1記載の電子部品焼成用治具。

【請求項3】 上記中間層の上記粗粒骨材がアルミナ質であり、上記微粒ボンダ相がアルミナ、アルミナ-マグネシアスピネル複合酸化物、ジルコニア、アルカリ土類酸化物又はこれらの混合物からなる請求項1又は2記載の電子部品焼成用治具。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、誘電体、積層コンデンサ、セラミックコンデンサ、圧電素子、サーミスタ等の電子部品を焼成する際に用いられるセッター、棚板、匣鉢等の電子部品焼成用治具に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】電子部品焼成用治具は、作業性及び燃料費削減のために、軽量化が進みつつある。特に連続炉で電子部品を焼成する場合には、治具の熱容量が小さく、昇温、降温が熱的に容易なセッターやシート状の基材が望まれる。この場合、基材の厚さは3～4mm以下である。

【0003】また、電子部品焼成用治具は、耐熱性や機械的強度の他に、焼成するセラミック電子部品と反応しないことが要求される。誘電体等の電子部品ワークが焼成用治具と接触し反応すると、融着したり、ワークの組成変動によって特性低下が生ずる等の課題がある。

【0004】通常は、これらの電子部品焼成用治具の基材として、熱間強度が高く、熱スポーリング性の良好なアルミナ・ムライト系基材が汎用されている。このアルミナ・ムライト系基材は、電子部品ワークとの反応が起こり易く、この反応を防止するために、基材表面にジルコニアを被覆する方法が採用されている。

【0005】ジルコニアは基材との反応性は低い、上記基材との熱膨張係数の差が大きいため基材に反りが発生し、繰り返し熱サイクルが生ずる使用環境下ではジルコニア表面層に亀裂が生じたり、剥離するといった問題

がある。

【0006】また、ジルコニアは約 $1200^{\circ}\text{C}$ で単斜晶から正方晶への相転移が起こる。その結果、繰り返し熱サイクルによる相転移に伴う熱膨張係数の変化により、ジルコニアの表面層が脱離しやすいという問題がある。また、未安定化ジルコニアを表面層として使用する場合には、相転移に伴う粉化が生ずるという問題もある。

【0007】このような問題を解決するために、基材とジルコニア表面層との間に種々の中間層を設けることが提案されている(特開平3-137078号公報、特許第2859911号等)。

【0008】例えば特開平3-137078号公報では、アルミナからなる中間層を設けている。しかし、この電子部品焼成用治具では、アルミナの焼結性が悪く、ジルコニア表面層と基材との中間層として十分な密着性を持たず、さらに上記した基材の反りを満足できるレベルで防止できない。

【0009】従って、本発明の目的は、基材とジルコニア表面層との熱膨張差を緩和することによって表面亀裂の発生を防止し、ぼろつきを抑制すると共に、基材の反りを著しく低減した電子部品焼成用治具を提供することにある。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、検討の結果、基材とジルコニア表面層との間に、一定粒径の正規分布を有する粗粒骨材と一定粒径以下の微粒ボンダ相とからなる中間層を用いることによって、上記目的が達成し得ることを知見した。

【0011】本発明は、上記知見に基づきなされたもので、ジルコニア表面層と基材との間に中間層が形成された構造であって、上記中間層が、下記(1)又は(2)の粗粒骨材と平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の微粒ボンダ相とからなることを特徴とする電子部品焼成用治具。

(1) 粒度100メッシュより粗い粗粒を粉碎して得られた平均粒径 $20\sim 200\mu\text{m}$ の粒子で、かつ該平均粒径に相当する粒度(JIS R 6001で定義された粒度)における粒度規格よりも広い粒度分布をもつ粗粒骨材。

(2) JIS R 6001で定義された700メッシュより粗い2種類以上の粒度の粒子を混合して得られた平均粒径 $20\sim 200\mu\text{m}$ の粗粒骨材。

## 【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明の電子部品焼成用治具の実施の形態について説明する。

【0013】図1は、本発明の電子部品焼成用治具の概略断面図であり、また、図2は中間層の模式断面図である。図1～2において、1は電子部品焼成用治具、2は基材、3は中間層、4はジルコニア被覆層、31は粗粒骨材、32は微粒ボンダ相、33は空隙をそれぞれ示す。

【0014】図1の電子部品焼成用治具1において、基材2は、従来より使用されているものと同様でよく、例えばアルミナ系材料、アルミナ・ムライト系材料、アルミナ・マグネシア系スピネル材料、アルミナ・ムライト・コージュライト系材料、又はこれらの組合せによる材料が使用される。

【0015】ジルコニア4表面層は、未安定化ジルコニア、部分安定化ジルコニア及び安定化ジルコニア等が使用できるが、ジルコニア表面層は電子部品と直接接触するため、電子部品に悪影響を与えるものであってはならず、従ってイットリア、カルシア及びマグネシア等により部分安定化又は安定化させたジルコニア又はそれらの混合物を使用することが望ましい。ジルコニアは室温では単斜晶系であり、温度上昇と共に、単斜晶系→(約1200℃)→正方晶系→(2370℃)→立方晶系の相転移が起こるが、ジルコニアにイットリアやマグネシア等の部分溶融結合材(安定化剤)を固溶させることにより、高温相である正方晶や立方晶を室温下で安定化できる。

【0016】本発明では、上記した基材2とジルコニア表面層4との間に設けられた中間層3は、図2に示されるように、粗粒骨材31と微粒ボンド相32とからなり、また空隙33が存在する。この中間層の厚みは特に限定されないが、好ましくは50～200 $\mu$ mである。

【0017】この中間層における粗粒骨材31は、下記(1)又は(2)で示されるものである。

(1) 粒度100メッシュより粗い粗粒を粉砕して得られた平均粒径20～200 $\mu$ mの粒子で、かつ該平均粒径に相当する粒度(JIS R 6001で定義された粒度)における粒度規格よりも広い粒度分布をもつ粗粒骨材。

(2) JIS R 6001で定義された700メッシュより粗い2種類以上の粒度の粒子を混合して得られた平均粒径20～200 $\mu$ mの粗粒骨材。

【0018】上記(1)の粗粒骨材において、平均粒径に相当する粒度(JIS R 6001で定義された粒度)における粒度規格よりも広い粒度分布をもつとは、図3の粒度48メッシュ粉砕品のような粒度分布をもつものである。すなわち、図3は、粒度320メッシュの市販品(JIS R 6001に従う)の粒度分布と粒度48メッシュの市販品をボールミルにて粉砕した平均粒径が54 $\mu$ mの粉砕粒子の粒度分布を示すものであり、平均粒径54 $\mu$ mはほぼ粒度320メッシュの平均粒径に相当する。図3から分かるように、粒度48メッシュ粉砕品はJIS R 6001の粒度規格よりも広い粒度分布をもっている。

【0019】また、上記(2)の粗粒骨材においては、例えば粒度100メッシュ、220メッシュ及び360メッシュの粒子を、それぞれ20重量%、60重量%及び20重量%に混合した粒子を用いることができる。

【0020】上記(1)又は(2)に示されるような粒度分布の広い粗粒骨材31を用いるのは、中間層3を適度に緻密化し、微粒ボンド相32との結合強度をもたせ、ぼろつきを防ぐためである。

【0021】また微粒ボンド相32は平均粒径10 $\mu$ m以下であることが必要で、平均粒径が10 $\mu$ mを超えると焼結性が悪く、粗粒間を結合するためのボンド相としての役割が果たせない。

【0022】中間層における粗粒骨材31と微粒ボンド相32の含有割合は、好ましくは粗粒骨材50～90重量%、微粒ボンド相50～10重量%である。粗粒骨材50重量%未満又は微粒ボンド相50重量%超では、熱膨張の緩和が不充分であり、基材に反りが発生し、またジルコニア表面層に亀裂が発生し易くなる。また、粗粒骨材90重量%超又は微粒ボンド相10重量%未満では、ジルコニア表面層がぼろつき、また強度が低下する。

【0023】粗粒骨材31は、アルミナ質が好ましい。また、微粒ボンド相32は、アルミナ、アルミナ-マグネシアスピネル複合酸化物、ジルコニア、アルカリ土類酸化物又はこれらの混合物からなることが好ましい。

【0024】このように、特定粒径の粗粒骨材と31と微粒ボンド相32を組み合わせることによって、中間層3は適度な空隙(気孔)33を有し、基材2とジルコニア表面層4との熱膨張差が緩和される。また、微粒ボンド相32により粗粒骨材31が強固に結合され、かつ空隙33を有する構造となるため、厚さの薄いセッターやシート等の基材上2に上記中間層3を形成することにより、表面亀裂の発生を防止し、ぼろつきを抑制し、また基材2の反りを著しく低減できる。

【0025】次に、本発明の電子部品焼成用治具の製造方法について説明する。まず、一定粒径、所定割合の粗粒骨材及び微粒ボンド相に有機バインダ及び水を加え、攪拌、混合してスラリーを得る。

【0026】このスラリーを、アルミナ・ムライト等からなる基材表面に、スプレー塗布、浸漬コーティング等の公知の被覆方法により所定の厚みとなるように被覆し、次いで乾燥して中間層を形成する。

【0027】続いて、この中間層の上に、ジルコニアのスラリーを、上記と同様にスプレー塗布、浸漬コーティング等の公知の被覆方法により所定の厚みとなるように被覆し、ジルコニア表面層を形成する。次いで、1300～1600℃で焼成し、電子部品焼成用治具を製造する。

【0028】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。

【0029】〔実施例1〕微粒ボンド相として、アルミナからなり、平均粒径5 $\mu$ mのものをを用いた。また、粗粒骨材として、アルミナからなり、粒度48メッシュの

ものを粉砕して得られた平均粒径約54 $\mu$ mを有するものを用いた。

【0030】この微粒ボンド相と粗粒骨材とを20重量%：80重量%の割合で配合し、ボールミキサー中で均一に混合し、水とバインダーであるポリビニルアルコールを加えたスラリーとした。

【0031】シリカ含有量が10重量%のアルミナ-ムライト基材表面に、上記スラリーをスプレーコートし、約100℃で乾燥した。得られた中間層の厚さは約100 $\mu$ mであった。次いで、この中間層の表面にイットリア(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)で安定化したジルコニアスラリーをスプレーコートし約100℃で乾燥した。得られたジルコニア表面層の厚さは約100 $\mu$ mであった。この積層体を1500℃で2時間保持し、電子部品焼成用治具を得た。

【0032】〔実施例2〕微粒ボンド相として、アルミナ-ジルコニアからなり、平均粒径5 $\mu$ mのものを用いた。また、粗粒骨材として、アルミナからなり、粒度100メッシュ、220メッシュ及び360メッシュの粒子を、20重量%、60重量%及び20重量%混合した粒子を用いた以外は、実施例1と同様にして電子部品焼成用治具を得た。

【0033】〔実施例3～5及び比較例1～3〕粗粒骨\*

\*材と微粒ボンド相とを表1に示される種類及び割合で用いた以外は、実施例1及び2と同様にして電子部品焼成用治具を得た。但し、実施例3～4及び比較例2の粗粒骨材は、実施例1に準じて粉砕品とし、実施例5の粗粒骨材は、実施例2に準じて混合品とした。また、比較例1は微粒ボンド相を用いず、比較例3は、粗粒骨材を用いなかった。

【0034】このようにして得られた電子部品焼成用治具の表面亀裂の発生、ぼろつき及び基材の反りの有無を下記により評価した。

【0035】すなわち、電子部品焼成用治具を電気炉で500℃から1350℃まで3時間かけて急熱し、次いで1350℃から500℃まで3時間かけて急冷することを50回繰り返す、表面亀裂の発生、ぼろつき及び基材の反りの有無を評価した。亀裂は目視できるものを亀裂とした。ぼろつきは手触りで判断し、表面ジルコニア層の粒子の脱落が大きい場合を不良とし、使用上問題のない少しのぼろつきは小とした。また、反りは厚さ3mmで約100×200mmの大きさの基材に対して、1mm以上の変形があったものを反りとした。結果を表1に示す。

【0036】

【表1】

		粗粒骨材 (重量%)	粗粒骨材の 平均粒径 ( $\mu$ m)	微粒 ボンド相 (重量%)	微粒ボンド相の組成		表面 亀裂	ぼろ つき	反り
						重量%			
実 施 例	1	80	54 (粉砕)	20	アルミナ	100	なし	なし	なし
	2	85	50 (混合)	15	アルミナ ジルコニア	60 40	なし	小	なし
	3	70	54 (粉砕)	30	アルミナ スピネル	80 20	なし	なし	なし
	4	60	54 (粉砕)	40	アルミナ 酸化カルシウム	95 5	なし	なし	なし
	5	60	102 (混合)	40	アルミナ	100	なし	小	なし
比 較 例	1	100	185	0			なし	大	なし
	2	20	185 (粉砕)	80	アルミナ	100	あり	小	あり
	3	0	23	100	アルミナ	100	あり	なし	あり

\*：粉砕は粉砕品、混合は粒度の異なる粒子を混合した混合品。

【0037】表1に示されるように、実施例1～5は、表面亀裂や反りが生じないのに対し、比較例2及び3では、表面亀裂も反りも生じた。また、実施例1～5は、

※ぼろつきが生じないか少ないのに対し、比較例1では、ぼろつきが大きかった。

【0038】

【発明の効果】本発明の電子部品焼成用治具によって、基材とジルコニア表面層との熱膨張差が緩和され、表面亀裂の発生を防止し、ぼろつきを抑制すると共に、基材の反りを著しく低減できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の電子部品焼成用治具の概略断面図である。

【図2】図2は、図1の中間層の模式断面図である。

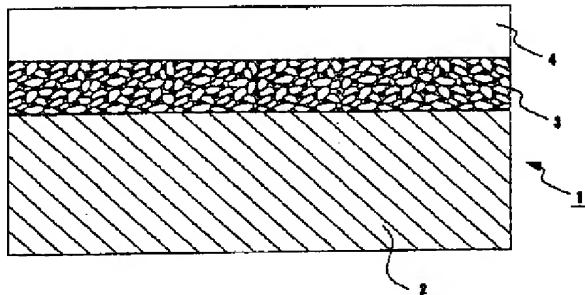
【図3】図3は、320メッシュ市販品と48メッシュ

粉碎品の粒度分布を示すグラフである。

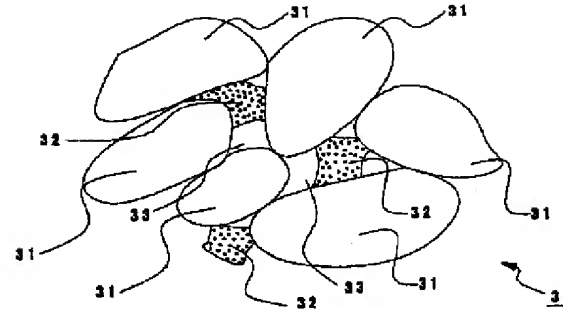
【符号の説明】

- 1：電子部品焼成用治具
- 2：基材
- 3：中間層
- 4：ジルコニア表面層
- 31：粗粒骨材
- 32：微粒ボンダ相
- 33：空隙

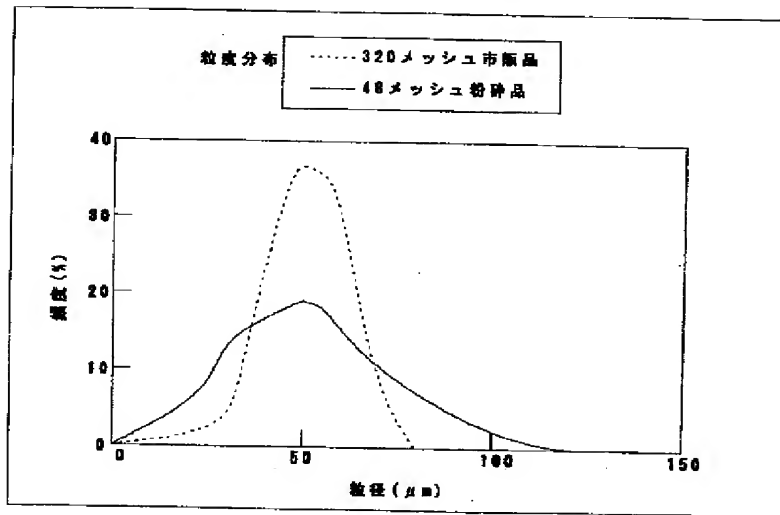
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 高橋 憲之  
埼玉県上尾市原市1333-2 三井金属鉱業  
株式会社総合研究所内

(72)発明者 堀内 幸士  
福岡県大牟田市浅牟田町3-1 三井金属  
鉱業株式会社内TKR事業部技術開発部内  
Fターム(参考) 4K055 HA02 HA25 HA27

DERWENT-ACC-NO: 2002-611247

DERWENT-WEEK: 200528

*COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD*

TITLE: Jig for electronic component baking, has intermediate layer containing rough grain aggregate and granule bond phase, formed between zirconia surface layer and base material

INVENTOR: HORIUCHI K; HOSHINO K ; IZUTSU Y ; TAKAHASHI N

PATENT-ASSIGNEE: MITSUI MINING & SMELTING CO LTD[MITG]

PRIORITY-DATA: 2000JP-317476 (October 18, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 2002128582 A	May 9, 2002	JA
JP 3644015 B2	April 27, 2005	JA

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2002128582A	N/A	2000JP-317476	October 18, 2000
JP 3644015B2	Previous Publ	2000JP-317476	October 18, 2000

INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE
CIPP	C04B41/89 20060101

CIPS	C04B35/64 20060101
CIPS	C04B41/52 20060101
CIPS	F27D3/12 20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 2002128582 A

#### BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Jig has intermediate layer (IL) (3) formed between zirconia surface layer and a base. IL contains rough grain aggregate (31) and granule bond phase (32) of 10 microns or less mean particle diameter (D). The grain aggregate is aggregate having a (D) of 20-200 microns ground to rough grain coarser than 100 mesh, or aggregate obtained by mixing particles coarser than 700 mesh and having a (D) of 20-200 microns.

DESCRIPTION - The jig has an intermediate layer (3) formed between a zirconia surface layer and a base material. The intermediate layer contains a rough grain aggregate (31) and a granule bond phase (32) of 10 microns or less mean particle diameter. The rough grain aggregate is an aggregate with a particle size distribution wider than the particle size and having a mean particle diameter of 20-200 microns defined by JIS R 6001, ground to a rough grain coarser than 100 mesh of particle size, or an aggregate obtained by mixing particles coarser than 700 mesh and having a mean particle diameter of 20-200 microns defined by JIS R 6001. The rough grain aggregate is an alumina material. The granule bond phase contains alumina, alumina-magnesia spinel complex oxide, zirconia and/or alkaline earth oxides.

USE - As setter, shelf or saggar for baking electronic components such as dielectric, lamination capacitor, ceramic capacitor, piezoelectric element and thermistor.

ADVANTAGE - The jig efficiently bakes the electronic components. Generation of surface crack is prevented by relieving the differential thermal expansion of a base material and zirconia surface layer. The curvature of base material is reduced.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure is a model sectional drawing of the intermediate layer of the jig for electronic component baking.

Intermediate layer (3)

Rough grain aggregate (31)

Granule bond phase (32)

CHOSEN-DRAWING: Dwg.2/3

TITLE-TERMS: JIG ELECTRONIC COMPONENT BAKE  
INTERMEDIATE LAYER CONTAIN ROUGH  
GRAIN AGGREGATE GRANULE BOND PHASE  
FORMING ZIRCONIA SURFACE BASE MATERIAL

DERWENT-CLASS: L03 Q77 V01 V04 V06

CPI-CODES: L03-J;

EPI-CODES: V01-A02A; V01-B03C3A; V01-B04B7; V04-X01A; V04-X01B; V06-  
L01A; V06-L02;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 2002-173127

Non-CPI Secondary Accession Numbers: 2002-484099